

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

16.06.2004

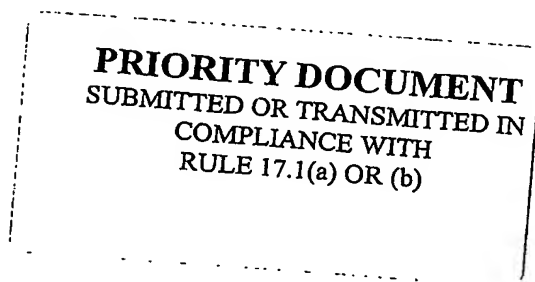
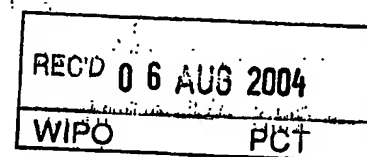
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2003年 4月14日

出 願 番 号  
Application Number: 特願2003-109356  
[ST. 10/C]: [JP 2003-109356]

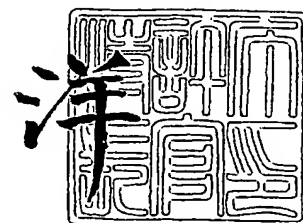
出 願 人  
Applicant(s): 積水化学工業株式会社



2004年 7月22日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川



【書類名】 特許願  
【整理番号】 03P00523  
【提出日】 平成15年 4月14日  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 C09J201/00

## 【発明者】

【住所又は居所】 大阪府三島郡島本町百山 2 - 1 積水化学工業株式会社  
内

【氏名】 多田 俊生

## 【発明者】

【住所又は居所】 大阪府三島郡島本町百山 2 - 1 積水化学工業株式会社  
内

【氏名】 西村 洋平

## 【発明者】

【住所又は居所】 大阪府三島郡島本町百山 2 - 1 積水化学工業株式会社  
内

【氏名】 豊嶋 克典

## 【特許出願人】

【識別番号】 000002174  
【氏名又は名称】 積水化学工業株式会社  
【代表者】 大久保 尚武

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 005083  
【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1  
【物件名】 図面 1  
【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 被着体の剥離方法、合わせガラスからガラスを回収する方法及び電子部品積層体から電子部品を回収する方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 接着剤を用いて接着された被着体を剥離する方法であって、前記被着体を高圧の流体中に一定時間置いて前記流体を前記接着剤中に含浸させた後、急激に解圧することにより前記接着剤を発泡させて接着力を低減させることを特徴とする被着体の剥離方法。

【請求項 2】 流体は常温常圧で気体であるものであって、0.5 MPa 以上の圧力で接着剤中に含浸させることを特徴とする請求項 1 記載の被着体の剥離方法。

【請求項 3】 複数のガラスを接着剤又は接着性を有する中間膜により接着してなる合わせガラスからガラスを回収する方法であって、前記合わせガラスを高圧の流体中に一定時間置いて前記流体を前記接着剤中又は前記中間膜中に含浸させた後、急激に解圧することにより前記接着剤又は前記中間膜を発泡させて接着力を低減させることを特徴とする合わせガラスからガラスを回収する方法。

【請求項 4】 接着剤により接着された電子部品積層体から電子部品を回収する方法であって、前記電子部品積層体を高圧の流体中に一定時間置いて前記流体を前記接着剤中に含浸させた後、急激に解圧することにより前記接着剤を発泡させて接着力を低減させることを特徴とする電子部品積層体から電子部品を回収する方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、接着剤を用いて接着された被着体を容易に剥離できる被着体の剥離方法、合わせガラスからガラスを回収する方法及び電子部品積層体から電子部品を回収する方法に関する。

## 【0 0 0 2】

## 【従来の技術】

今日、接着剤は、プラスチック、ガラス、金属、木材、陶器、ゴム、紙、布、皮等あらゆるものの接着に用いられており、接着剤により接着された被着体あらゆる分野に用いられている。

近年、リサイクル等の観点から、いったん接着剤により接着された被着体を剥離して再利用することが求められている。しかし、接着剤の種類や被着体の性質、形状等によっては、被着体を剥離することは容易ではなかった。とりわけ、接着力が強固である場合や、脆弱な被着体を損傷することなく剥離したい場合には、極めて煩雑な操作が要求された。

## 【0 0 0 3】

例えば、合わせガラスは、複数のガラス板を接着剤や接着性を有する中間膜を用いて貼り合わせたものである。このような合わせガラスを剥離してガラスを回収し再利用することは極めて困難であった。

特許文献 1 には、合わせガラスを小片に粉砕することにより、接着剤から剥がれ落ちたガラス片を再利用する方法が開示されている。しかしながら、この方法では、大量のガラス片が付着した接着剤や中間膜が残存し、これを再生することはできないことから、再利用効率が悪く極めて煩雑で高コストな方法であった。また、ガラス片が付着した接着剤や中間膜は通常炉では焼却できず特殊な炉を用いて焼却処分するしかなかった。

また、特許文献 2 には、合わせガラスを中間膜が軟化する温度に加熱して内板と外板とを別々に分離して回収する方法が開示されている。しかしながら、この方法でも、実際には、自動車のフロントガラス等のサイズの大きいものでは容易には分離することができず、回収したガラスの表面に接着剤が糊残りしたりすることがあるという問題があった。

## 【0 0 0 4】

また、近年では電子部品同士を積層した電子部品積層体からなる高い集積度を有する電子材料が汎用されている。このような電子部品間の接続にも接着剤が用いられている。しかし、電子部品積層体から電子部品を回収してリサイクルしよう

としたり、製造工程の途中で不良が発生した場合に再構成しようとしたりしても、接着剤で接着された電子部品を取り外すことは極めて困難であった。例えば、特許文献3には、半導体素子搭載基板の半導体素子搭載部に予め半導体素子の外形より小さい穴を設け、該半導体素子搭載部の基板に接着剤を設け、該接着剤上に半導体素子を搭載し、該半導体素子を基板に接着した半導体装置が開示されている。これは、電子部品同士の接着部位を最小限に抑えることにより、接着強度を弱め回収を容易にしようとするものである。しかしながら、このような方法は穴開け位置に制約があり、コストもかさむうえ、得られる電子部品積層体の強度が弱くなってしまうという重大な欠点があった。結局、従来は電子部品積層体の全てを廃棄するしかなかった。

#### 【0005】

また、古紙回収により回収された接着剤を用いて製本された書籍類から、紙を回収して再利用する場合にも、紙と接着剤との剥離が問題となっている。特許文献4には、高強度でパルパーで寸断されないことからフィルターで除去しやすい接着剤を使うことで、書籍類から接着剤を取り除く方法が開示されている。しかしながら、この方法では接着剤の種類が限定されるため、広範な書籍類の再生には適さないという問題があった。

#### 【0006】

更に、スチール缶を回収してこれを再利用することは、極めて重要であるが、従来は、例えば特許文献5に開示されているような、塗料樹脂を焼却する以外に手段がなく、しかもこの方法でも、完全に塗料樹脂を焼成することは困難であり炭化した塗料樹脂が残渣として残ってしまうという問題があった。

#### 【0007】

特許文献6には、発泡剤を含有する接着剤が開示されている。このような接着剤を用いて接着を行えば、発泡剤に刺激を与えて接着剤を発泡させることにより接着力が低下し、容易に被着体を剥離することができる。しかしながら、この方法では、発泡可能な接着剤の種類に制限があること；発泡させるためには光や熱等の刺激を加える必要があり、被着体の形状等によってはこのような刺激を与えることが困難であること；不必要なときに発泡して被着体が剥離してしまう可能性

があること等の問題があり、必ずしも応用できる範囲は広くはなかった。

【0008】

【特許文献1】

特開 2001-104928 号公報

【特許文献2】

特開平 6-247751 号公報

【特許文献3】

特開平 10-135246 号公報

【特許文献4】

特開平 6-080945 号公報

【特許文献5】

特開平 9-227957 号公報

【特許文献6】

特開平 3-64381 号公報

【0009】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記現状に鑑み、接着剤を用いて接着された被着体を容易に剥離できる被着体の剥離方法、合わせガラスからガラスを回収する方法及び電子部品積層体から電子部品を回収する方法を提供することを目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】

本発明は、接着剤を用いて接着された被着体を剥離する方法であって、前記被着体を高圧の流体中に一定時間置いて前記流体を前記接着剤中に含浸させた後、急激に解圧することにより前記接着剤を発泡させて接着力を低減させる被着体の剥離方法である。

以下に本発明を詳述する。

【0011】

本発明の被着体の剥離方法では、まず被着体を高圧の流体中に一定時間置いて流体を接着剤中に含浸させる。

上記流体としては、常温常圧で気体であるものが好ましい。このような流体としては特に限定されないが、例えば、二酸化炭素、窒素、酸素、ヘリウム、アルゴン、空気等が取扱いが容易で安価であることから好適である。これらは単独で用いられても良いし、混合流体として用いられても良い。

なお、上記流体として混合流体を用いた場合には、混合流体を構成する流体の少なくとも 1 成分が上記条件を満たしていればよい。

#### 【0012】

上記流体を接着剤中に含浸させる条件としては、接着剤や被着体の種類等により適宜選択されるが、上記流体として常温常圧で気体のものを用いる場合には、0.5 MPa 以上の圧力で含浸させることが好ましい。0.5 MPa 未満であると、接着剤への浸透に時間がかかり効率が悪かったり、発泡させるのに十分な量の気体を溶解させることができなかつたりすることがある。また、この場合の温度としては、接着剤を構成する樹脂のガラス転移温度よりも 20℃低い温度よりも高いことが好ましい。これより低い温度であると、流体の接着剤への浸透に時間がかかることがある。より好ましくは接着剤を構成する樹脂のガラス転移温度よりも 10℃低い温度よりも高いことである。

#### 【0013】

また、上記流体は、超臨界状態又は亜臨界状態で含浸させてもよい。超臨界状態又は亜臨界状態の流体は、接着剤への浸透性に極めて優れる。

なお、本明細書において、超臨界流体とは、臨界圧力（以下、 $P_c$ ともいう）以上、かつ臨界温度（以下、 $T_c$ ともいう）以上の条件の流体を意味する。また、亜臨界流体とは、超臨界状態以外の状態であって、反応時の圧力、温度をそれぞれ  $P$ 、 $T$  としたときに、 $0.5 < P/P_c < 1.0$  かつ  $0.5 < T/T_c$ 、又は、 $0.5 < P/P_c$  かつ  $0.5 < T/T_c < 1.0$  の条件の流体を意味する。上記亜臨界流体の好ましい圧力、温度の範囲は、 $0.6 < P/P_c < 1.0$  かつ  $0.6 < T/T_c$ 、又は、 $0.6 < P/P_c$  かつ  $0.6 < T/T_c < 1.0$  である。ただし、流体が水である場合には、亜臨界流体となる温度、圧力の範囲は、 $0.5 < P/P_c < 1.0$  かつ  $0.5 < T/T_c$ 、又は、 $0.5 < P/P_c$  かつ  $0.5 < T/T_c < 1.0$  である。なお、ここで温度は摂氏を表すが、 $T_c$  又は  $T$

のいずれかが摂氏ではマイナスである場合には、上記亜臨界状態を表す式はこの限りではない。

#### 【0014】

本発明の被着体の剥離方法では、接着剤中に流体を含浸させた後、急激に解圧する。これにより含浸した流体の体積が急激に膨張して接着剤が発泡する。接着剤が発泡すれば、接着剤と被着体との接着面積が減少することから、接着力が低減して被着体を容易に剥離することができる。また、ある局面では、接着剤が発泡することにより接着剤の破断点強度等の力学強度が低下して、凝集破壊として剥離することもできる。

ここで解圧とは、高圧状態にある流体の圧力を常圧近くにまで下げることを意味する。流体を急激に解圧する方法としては特に限定されず、例えば、圧力容器に接続されたバルブを開放する方法等が挙げられる。なお、上記流体を接着剤中に含浸させる際に加熱して一定の温度にしている場合にあっては、解圧は、この温度において行ってもよく、降温してから行ってもよい。また、加圧のプロセスと解圧のプロセスとは、複数回繰り返して行ってもよい。

#### 【0015】

本発明の被着体の剥離方法を適用する接着剤としては特に限定されず、熱可塑性樹脂を接着成分とするもの、硬化性樹脂を接着成分とするもの、エラストマーを接着成分とするもの等が挙げられる。また、これらの接着剤を含有する接着性を有する樹脂膜等にも適用することができる。

#### 【0016】

上記被着体としては上記接着剤により接着されるものであれば特に限定されないが、複雑な形状を有するものや、脆弱なものである場合には、本発明の被着体の剥離方法が特に有効である。このような被着体としては、例えば、合わせガラス、電子部品積層体、封止剤で接着された液晶表示装置、各種の家電製品や建築材料等が挙げられる。また、上記電子部品積層体には、スタック型半導体や積層基板等が含まれ、回収される電子部品には、ウエハやチップ、基板等が含まれる。なお、上記被着体が樹脂からなる場合において、上記接着剤よりも流体が浸入しやすいものである場合には、被着体が発泡して破壊されてしまう場合があ



る。このような場合には、被着体と接着剤との性質に鑑みて、用いる流体の種類や圧力、温度等の諸条件を調整する。

#### 【0017】

本発明の被着体の剥離方法は、ほとんどの接着剤により接着した被着体の剥離に好適に用いることができ、被着体の形状等にかかわらずに適用することができる。特に、接着剤が無機フィラー等の接着成分とは異なる成分を含有する場合には、これらの無機フィラー等が発泡核剤として働くため、より容易に発泡させることができる。

本発明の被着体の剥離方法では、予め接着剤に発泡剤等を配合する必要もないことから、意図せずに被着体が剥離してしまうこともない。本発明の被着体の剥離方法によれば、複雑な形状を有する被着体や、脆弱な被着体であっても、破損することなく、また、糊残りが極めて少なく剥離することができる。

このようにして剥離し回収された被着体はリサイクルにより再利用することが容易である。具体的には、例えば、2枚のガラスを接着性を有しないベース樹脂と接着性を有する可塑剤からなる接着剤を用いた合わせガラスを本発明の被着体の剥離方法により剥離すれば、ガラスとベース樹脂とが完全に剥離し、2枚のガラスとベース樹脂とを回収できる。合わせガラスは小片に破碎する必要もなく、また、ベース樹脂中にもガラス片が含まれないことから、ガラスとベース樹脂のいずれもを極めて容易にリサイクルすることができる。

#### 【0018】

複数のガラスを接着剤又は接着性を有する中間膜により接着してなる合わせガラスからガラスを回収する方法であって、合わせガラスを高圧の流体中に一定時間置いて流体を接着剤中又は中間膜中に含浸させた後、急激に解圧することにより接着剤又は中間膜を発泡させて接着力を低減させる合わせガラスからガラスを回収する方法もまた、本発明の1つである。

接着剤により接着された電子部品積層体から電子部品を回収する方法であって、電子部品積層体を高圧の流体中に一定時間置いて流体を接着剤中に含浸させた後、急激に解圧することにより接着剤を発泡させて接着力を低減させる電子部品積層体から電子部品を回収する方法もまた、本発明の1つである。

## 【0019】

本発明の被着体の剥離方法は、例えば、図1に示したような簡単な装置を用いて行うことができる。図1の装置は、ヒーター3を備え固定ネジ2を用いて密封できる構造を有する耐圧容器1に、攪拌羽5及びポンプ7及びストップバルブ8を介して流体貯蔵槽6が取り付けられている。耐圧容器1の温度は熱電対4で、圧力は圧力計9で制御される。更に、耐圧容器1には、解圧用のバルブ10が接続されている。

なお、図1の装置では加熱手段としてヒーター3を用いたが、その他にも、例えば、バーナー、燃焼ガス、蒸気、熱媒、サンドバス、溶融金属槽等の加熱手段を用いることができる。

## 【0020】

図1に示した装置を用いて本発明の被着体の剥離方法を行うには、例えば、まず、接着剤で接着された被着体を容器1に投入し、固定ねじ2により十分にシールし、流体貯蔵槽6に貯蔵した流体を容器1に導入した後、ヒーター3により所定温度に加熱し、流体の圧力を所定の圧力にまで上昇する。攪拌羽5により攪拌しながら所定の時間置いた後、バルブ10を操作して解圧を行う。その後、素早く冷却し、十分に冷却した後容器1を開けば、剥離した被着体を得られる。

## 【0021】

## 【実施例】

以下に実施例を掲げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれら実施例のみに限定されるものではない。

## 【0022】

## (実施例1)

幅13mm、長さ25mm、厚さ1mmのガラス板2枚を、表1に示した各種の接着剤を用いて図2に示したように接着した。なお接着にあたっては、接着剤が液状又はゲル状である場合には接着剤層の厚さが50 $\mu$ mになるように塗布して接着を行い、接着剤が基材に積層されたテープ状である場合には、テープをローラーで密着させた。

## 【0023】

得られた被着体を図 1 に示した装置の容器 1（耐圧硝子社製、樽型容器、内容積 100 mL）に投入し、固定ねじ 1 を用いて十分にシールした後、容器 1 を所定の温度に加熱した。次いで、ストップバルブ 8 を開き、ポンプ 7 により流体貯蔵槽 6 に貯蔵していた流体を容器 1 に導入し、容器内の圧力を所定の圧力まで上昇させ、所定時間保持した。解圧用バルブ 10 を操作して急激に解圧した後、冷却してから容器 1 を開けて被着体を取り出し、剥離の状態を目視にて観察した。結果を表 1 に示した。

【0024】

【表 1】

接着剤	接着剤形状	流体	処理条件			剥離状態
			温度/°C	圧力/MPa	処理時間/時間	
シアノアクリレート系	液状	二酸化炭素	120	2	3	完全に剥離
	液状		120	0.5	3	一部糊残りがあつたが容易に取り除けた
アクリル系	テープ		40	0.5	3	完全に剥離
ゴム系	テープ		40	0.5	3	完全に剥離
エポキシ系	液状		120	2	3	完全に剥離
			120	0.5	3	一部糊残りがあつたが容易に取り除けた
シリコン系	液状		120	2	3	完全に剥離
			120	0.5	3	一部糊残りがあつたが容易に取り除けた

【0025】

**【発明の効果】**

本発明によれば、接着剤を用いて接着された被着体を容易に剥離できる被着体の剥離方法、合わせガラスからガラスを回収する方法及び電子部品積層体から電子部品を回収する方法を提供できる。

**【図面の簡単な説明】****【図 1】**

本発明の被着体の剥離方法を実施するための装置の 1 実施態様を示す模式図である。

**【図 2】**

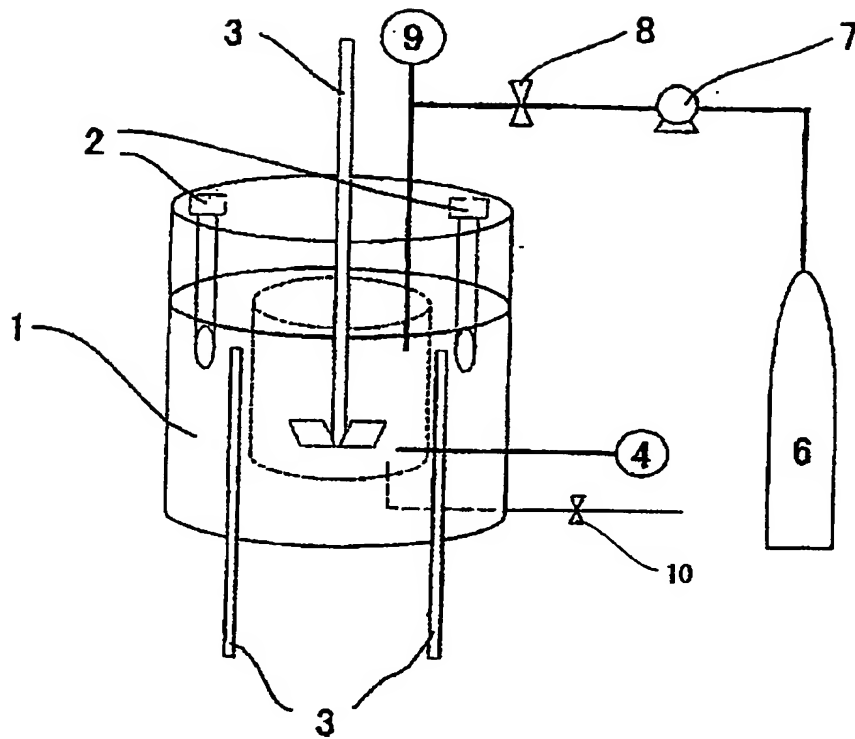
実施例 1 で用いた被着体を示す模式図である。

**【符号の説明】**

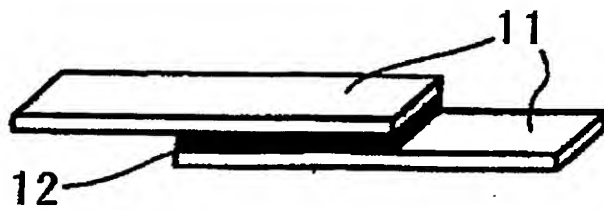
- 1 容器
- 2 固定ネジ
- 3 ヒーター
- 4 熱電対
- 5 攪拌羽
- 6 流体貯蔵槽
- 7 ポンプ
- 8 ストップバルブ
- 9 圧力計
- 10 解圧用バルブ
- 11 ガラス板
- 12 接着剤

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 接着剤を用いて接着された被着体を容易に剥離でき、被着体や接着剤をリサイクルすることができる被着体の剥離方法、合わせガラスからガラスを回収する方法及び電子部品積層体から電子部品を回収する方法を提供する。

【解決手段】 接着剤を用いて接着された被着体を剥離する方法であって、前記被着体を高圧の流体中に一定時間置いて前記流体を前記接着剤中に含浸させた後、急激に開圧することにより前記接着剤を発泡させて接着力を低減させる被着体の剥離方法。

【選択図】 なし

特願 2003-109356

ページ: 1/E

出願人履歴情報

識別番号

[000002174]

1. 変更年月日  
[変更理由]

住所  
氏名

1990年 8月29日

新規登録

大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号  
積水化学工業株式会社